

PAT-NO: JP404366744A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 04366744 A

TITLE: TESTING METHOD AND MEASURING APPARATUS FOR
PHYSICAL
PROPERTIES OF THIN FILM MATERIAL

PUBN-DATE: December 18, 1992

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

ZEN, MUNETOSHI

OTA, HIROYUKI

MIURA, HIDEO

SAKATA, HIROSHI

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

HITACHI LTD

COUNTRY

N/A

APPL-NO: JP03142969

APPL-DATE: June 14, 1991

INT-CL (IPC): G01N003/00, G01L001/00 , G01N019/00 , G01N025/16

US-CL-CURRENT: 73/788, 374/46 , 374/55

ABSTRACT:

PURPOSE: To enable the Young's modulus, true stress and coefficient of thermal expansion of a film whose such mechanical characteristics are unknown to be measured up to film- formation temperature by forming and laminating films of known and unknown mechanical characteristics each other on a base, and finding the mechanical characteristics of the films from their deformation due

to pressure and temperature, and dividing each of values obtained.

CONSTITUTION: A material test piece 21 comprises a film 22 of known mechanical characteristics, i.e., Young's modulus, true stress and coefficient of thermal expansion formed on an Si base 5; a film 23 of unknown mechanical characteristics is laminated thereover; and a window opened through the base 5 by etching. The test piece 21 is set in a pressure regulator 3 and stored in a heating furnace 2 and heated to film-formation temperature while atmospheric gas 8 is allowed to flow therethrough. Amounts by which the films 22,23 are deformed when made to swell or shrivel by pressure buildup or pressure reduction by pressurizing gas 9 are measured by a laser microscope 1. The heating enables Young's modulus, true stress and coefficients of thermal expansion from room temperature to the film-formation temperature to be found at one sample. Because the measured values are those of the combination of the films 22, 23 the values are each divided to find values of the film 23 of unknown characteristics.

COPYRIGHT: (C)1992,JPO&Japio

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-366744

(43) 公開日 平成4年(1992)12月18日

(51) Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 1 N 3/00	Z	7005-2 J		
G 0 1 L 1/00	E	7617-2 F		
G 0 1 N 19/00	Z	7235-2 J		
25/16	A	8310-2 J		

審査請求 未請求 請求項の数 5 (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平3-142969

(22) 出願日 平成3年(1991)6月14日

(71) 出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72) 発明者 善 宗利

茨城県土浦市神立町502番地 株式会社日

立製作所機械研究所内

(72) 発明者 太田 裕之

茨城県土浦市神立町502番地 株式会社日

立製作所機械研究所内

(72) 発明者 三浦 英生

茨城県土浦市神立町502番地 株式会社日

立製作所機械研究所内

(74) 代理人 弁理士 高田 幸彦

最終頁に続く

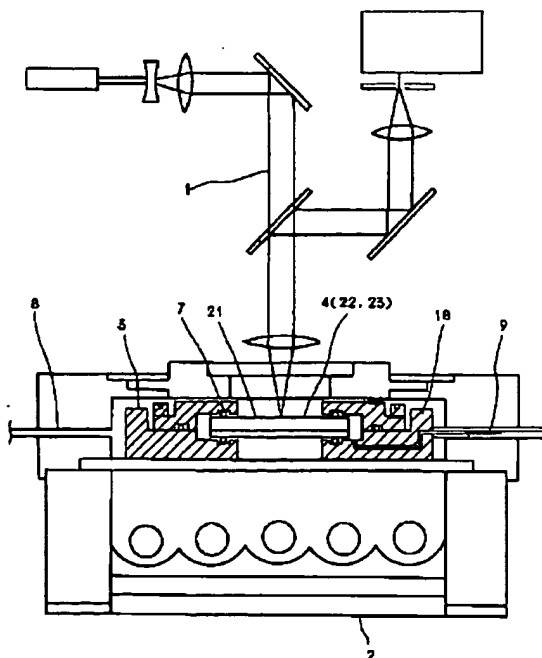
(54) 【発明の名称】 薄膜材料物性試験方法とその測定装置

(57) 【要約】

【構成】一つの試験片でヤング率、真性応力、熱膨張係数を同時あるいは別々に計測できる薄膜材料物性試験片21、複合膜である機械的特性の既知の膜22と不明の膜23の変形量を計測するレーザ顕微鏡1、複合膜を加熱することにより成膜条件を再現できる加熱炉2、複合膜に圧力を負荷でき、室温から高圧までの耐熱性のある圧力調整器3から構成される。

【効果】レンズ系の冷却、圧力容器及びシールの関係から室温あるいは低温域での測定しかできなかった薄膜材料物性測定が、高温まで測定可能となり、成膜条件及びその前後での機械的特性の評価ができる。

図 2



1

【特許請求の範囲】

【請求項1】膜の変形量から機械的特性を測定する薄膜材料物性試験方法において、基本上に機械的特性の判明している膜と機械的特性の不明の膜とを成膜によって積層し、膜を圧力によって変形させて変形量から機械的特性を求めるパルジ法の手法により、膜を加熱することによる変形も加えて、一つの試験片で機械的特性のヤング率、熱膨張係数、真性応力を同時にあるいは別々に求め、得た値を分離することにより、機械的特性の不明の膜の機械的特性を求めることを特徴とする薄膜材料物性試験方法。

【請求項2】薄膜材料物性測定装置において、膜の変形量を測定する測長部、膜の成膜温度条件を再現する加熱炉及び膜に加圧あるいは減圧を負荷する圧力調整器からなり、室温から高温までの広い温度領域でのパルジ法での薄膜の機械的特性の測定が可能であることを特徴とする薄膜材料物性測定装置。

【請求項3】請求項2において、膜の変形量をレーザ光を利用した測長部を用いて、高温域までの測定を可能にした測長部及び加熱炉と圧力調整器からなる薄膜材料物性測定装置。

【請求項4】請求項2において、観察窓に熱反射コーティングを施した加熱炉及び測長部と圧力調整器からなる薄膜材料物性測定装置。

【請求項5】請求項2において、アルミ製、ステンレス製、インコネル製の材質からなる圧力容器、サセプタ及びリングを用い、室温から高温までの温度差による熱膨張を考慮するとともに圧力調整が可能である圧力調整器及び測長器と加熱炉からなる薄膜材料物性測定装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、半導体プロセス応力シミュレーションの信頼性を高めるため成膜時の薄膜の機械的特性であるヤング率、真性応力、熱膨張係数のデータベースを構築するための薄膜材料物性試験方法とその測定装置に関する。

【0002】

【従来の技術】薄膜の機械的特性を測定する方法を、試料側から大別すると、膜単独で行う方法と、基板とを分離せずに行う方法に分類される。膜単独で測定する方法が精度が良いので前者を取ることが多い。膜を単独に得る手法として、①基板を溶かす。②予め剥離しやすい物質を基板に塗布した後で膜を形成する。③機械的に基板からはがす等がある。①の手法は、基板上に膜を成膜した後エッチングで基板を溶かす手法で最も一般的に行われている手法である。

【0003】そこで、従来の膜の機械的特性の内部応力とヤング率を測定する方法を豊田中研の「半導体用薄膜材料の内部応力とヤング率測定」によって説明する。機械的特性を測定する膜は、あらかじめシリコン基板上に

2

形成しておいた内部応力とヤング率が既知である窒化シリコン膜上に成膜する。その後、基板の一部をエッチングで長方形の窓状に取除き、機械的特性を測定する膜と窒化シリコン膜よりなる複合膜を形成する。複合膜の内部応力及びヤング率は、複合膜に圧力を加えその時に発生するたわみによる圧力-たわみ特性から圧力を変化させながらたわみを測定し得られたデータから求められる。機械的特性を測定する膜の内部応力及びヤング率は、複合膜の測定値から下地シリコン窒化膜の影響を複合則に基づいた計算式により補正して求めることができる。

【0004】複合膜に圧力を負荷しながらその変形量を測定するには、レーザ光の干渉により複合膜のたわみを光学ガラスと複合膜間のギャップで生じる光の干渉縞の数によって計測する。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】上記従来技術は、膜の成膜温度での機械的特性の測定について考慮されておらず、室温あるいは低温域で測定されていた。そのため、従来の値を使った半導体プロセス応力シミュレーションの計算値が実測定と合わない原因となっていた。成膜条件での変形量測定は、1000℃程度の高温で行う必要があり、そのための測長部のレンズ系の冷却、加熱炉からの輻射熱の防止、圧力調整器の材質、リングの材質及びシール性等の問題を解決しなくてはならない。

【0006】本発明の目的は、半導体プロセス応力シミュレーションの精度向上のために、成膜温度における真の薄膜材料物性であるヤング率、真性応力、熱膨張係数を測定できる薄膜材料物性試験方法とその測定装置を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】上記目的の高温の膜の変形量から薄膜の機械的特性を測定するためには、①変形量を測定する測長器として、加熱炉からの輻射熱を防ぐために焦点深度の大きい差動レンズとレンズ冷却を考慮したレーザ顕微鏡により熱の間執は解決される。②レンズを加熱炉の輻射熱から守るため、観察窓の透明石英ガラスに熱線反射コーティングを施すことにより達成される。③圧力調整器の材質は、400～500℃でアルミ材、700～800℃でステンレス材、900℃以上ではインコネル、セラミックス等を使うことにより達成される。高温では、室温に比べて酸化されやすいため、酸化しにくい材料を選択する必要がある。温度差による熱膨張を考慮しなければ高い密封性を得られない。従って、温度差による熱膨張を考慮すると、熱膨張係数の近い材料の圧力容器、金属シールにする必要がある。シールに関しては、室温あるいは低温域ではゴム製リング、シールテープ等で十分であるのに対し、高温では全く使用できないため、高温に耐える材質を必要とする。材質については、アルミ材、ステンレス材及びインコネル材が

り、それぞれの材質の金属リングが市販されており充分に対応できる。

【0008】

【作用】膜を気体及び液体の圧力で風船のようにふくらませ、その変形量から機械的特性を得るバルジ法において、室温あるいは低温域ではほとんど問題なく測定できるが、膜の成膜温度である高温での機械的特性を求めるには、測長器、圧力調整器が、その雰囲気耐え、密封性を維持しなくてはならない。そのため、①測長器のレンズ系の冷却、②加熱炉の輻射熱を出さない特殊コーティングした観察窓、③圧力調整器の圧力容器とシール材の材料として、高温に耐え、酸化しにくい材質とした。これらの組合せにより、成膜温度での機械的特性のヤング率、真性応力、熱膨張係数を測定できる薄膜材料物性測定装置が可能となり、半導体プロセス応力シミュレーションの精度の向上を図ることができる。

【0009】

【実施例】以下、本発明の実施例を図面により説明する。薄膜材料物性試験方法を図1により説明する。薄膜材料物性試験片21は、S1基板5上に機械的特性のヤング率、真性応力、熱膨張係数が既知の膜22を成膜し、次に、機械的特性の不明の膜23を積層して構成される。その後、エッチングによりS1基板5に加圧、あるいは、減圧により膜を変形させる窓を開けることにより完成する。既知の膜22は、機械的特性が判明していることが絶対条件であるが、エッチング液に侵入されにくく、成膜の容易な膜が望ましい。また、機械的特性の不明の膜23は、既知の膜22と積層して成膜するため、成膜上で厚くできない極薄の材料でも適応できる。次に、薄膜材料物性試験片21を薄膜材料物性測定装置にセットし、機械的特性の測定を行う。機械的特性の測定は、膜を圧力によって変形させて変形量から機械的特性を求めるバルジ法を用いて行われ、加圧あるいは減圧によって既知の膜22と不明の膜23を風船のようにふくらませたり、しぼませた時の膜の変形量をレーザ顕微鏡1により測定するとともに、加熱することにより、室温から成膜温度までの広範囲での、ヤング率、真性応力、熱膨張係数が一つの試料で同時あるいは単独に求めることができることを特徴としている。測定した機械的特性の値は、既知の膜22と不明の膜23の複合膜の値であるので、これを分離して、不明の膜23の値が求められる。

【0010】薄膜材料物性測定装置の構成を図2により説明する。薄膜材料物性測定装置は、膜4の変形量を測定する測長器であるレーザ顕微鏡1と成膜温度の雰囲気を作る加熱炉2及び耐熱性と密封性を兼ねた圧力容器18と金属リング7からなる圧力調整器3から構成されている。膜4の変形量の測定は、機械的特性を測りたい膜4を形成したS1基板を圧力調整器3にセットする。次に、加熱炉2に圧力調整器3を収納し、雰囲気ガス8

を流しながら成膜温度まで加熱する。次に、膜4は、加圧ガス9によってふくらませ（減圧の場合はこの逆）、その変形量をレーザ顕微鏡1によって測定する。

【0011】図3のレーザ顕微鏡1の構成は、レーザ光源15から発生したレーザ光11を対物レンズ系10を通して膜4の表面に照射し、その反射光をダイクロイックミラー12を通してピンホール13に導く。また、対物レンズ系10は膜4との距離を変えられるようになっている。膜4の表面に焦点があっている場合には膜4からの反射光はピンホール13を通過できるので、受光器14に光が当たり信号を取り出すことができる。膜4の表面に焦点があたっていないときは、膜4からの反射光はそのほとんどがピンホール13を通過できないので受光器14にはほとんど光は当たらない。この測定によって、S1基板5はサセプタ6を通して加圧ガス9によりふくらませた膜4の変形量を求められる。

【0012】図4の対物レンズ系10の冷却方法は、冷却用レンズホルダー16を取付け、これに冷却水を流し、さらに、対物レンズ系10に超々差動レンズを使用することにより、熱源から対物レンズ系10を離すことが可能となり輻射熱の影響は少なくなる。

【0013】図5は、薄膜材料物性測定装置によって、100～700mmHgの圧力を加えて行った時の、膜4の変形量を測定したものである。圧力を増加するにつれて、膜4が風船のようにふくらんでいき変形量が増加していることがわかる。従来の膜4の頂点の一点での変形量測定に比べて、膜4全体の面外変形の面情報が得られるため、格段の精度向上が見られる。この変形量から、差圧 ΔP と変位 δ の関係を求め、勾配よりヤング率を求めることができる。

【0014】図6の加熱炉2は、圧力調整器3の中にセットされた機械的特性を測定する膜4を成膜温度と同様な温度雰囲気とすることができ、外部へ熱が逃げないように外壁には冷却水を循環させ、観察窓17からの輻射熱を防ぐため、熱線反射コーティングを施した透明石英ガラスを使用していることを最大の特徴とする。

【0015】図7の圧力調整器3は、測定する膜4を成膜したS1基板5と熱の蓄積と加圧ガス9の導入口であるサセプタ6、加熱炉2からの熱を通すための透明石英ガラス20を積重ね、金属リング7をセットした上で、上下圧力容器18を締付ボルト19で締付けることにより、金属リング7が変形してシールされる。膜4は、加圧あるいは減圧することにより、風船のようにふくらんだり、しぼんだりする。

【0016】圧力容器18と締付ボルト19とサセプタ6及び金属リング7は、温度による熱膨張係数の差による密封性が損なわれないように、熱膨張係数の近い材料の組合せで作られていることを特徴としている。材質として、300～500℃でアルミ材、600～800℃でステンレス材、900℃以上ではインコネルを使

5

い、さらに、金属リングに金あるいは銀の表面メッキを施すことにより、メッキ層の塑性変形によるなじみが良くなり、シール性をさらに向上させる。

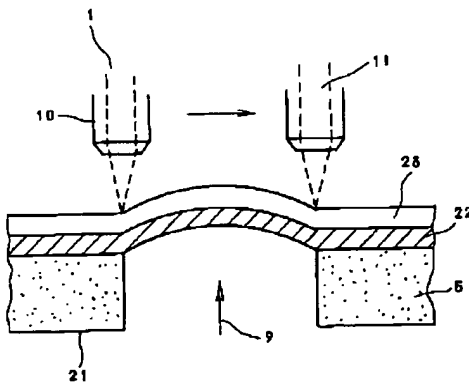
【0017】

【発明の効果】本発明によれば、高温まで耐えられる圧力調整器とレンズ系の冷却方法及び熱線反射コーティングした加熱炉の観察窓等の組合せにより、成膜温度あるいはその前後での機械的特性の測定が可能である。さらに、膜の面外変形の面情報を測定する試験方法を用いることにより、一つの試験片から、ヤング率、真性応力、熱膨張係数の情報を同時あるいは別々に得ることができる。また、S1基板上に積層して機械的特性の既知の膜と不明の膜を複合膜として成膜し、それを測定する薄膜材料物性試験片の不明の膜については、極薄のA領域の膜にも適用できる。

【図面の簡単な説明】

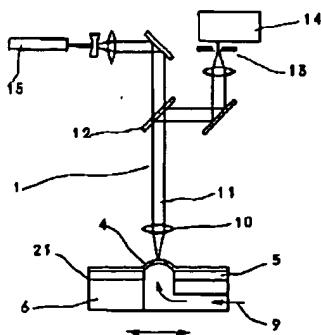
【図1】

図 1



【図3】

図 3



6

【図1】本発明の機械的特性の既知の膜と不明の膜を積層して、成膜した薄膜材料物性試験片の説明図。

【図2】本発明の薄膜材料物性測定装置の説明図。

【図3】レーザ顕微鏡を使った膜の測長器の説明図。

【図4】対物レンズ系の冷却方法の説明図。

【図5】パルジ法による圧力とその変形量の実測値の説明図。

【図6】加熱炉の冷却方法及び輻射熱を逃さない方法の説明図。

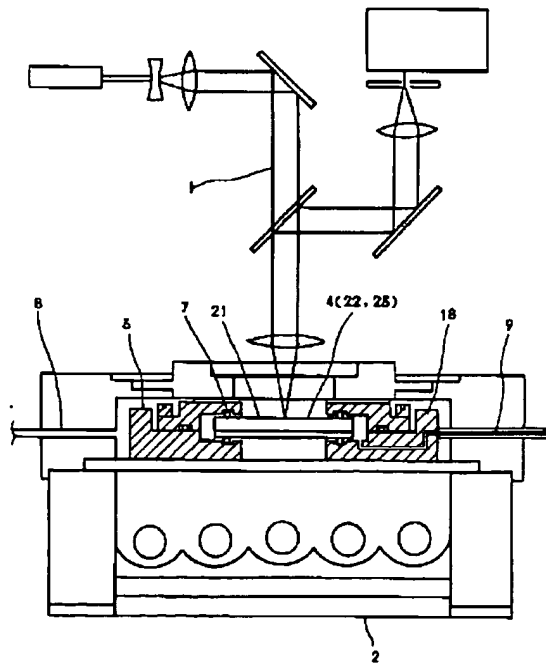
10 【図7】圧力調整器によって膜を変形させる方法及び材質等についての説明図。

【符号の説明】

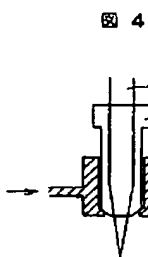
1…レーザ顕微鏡、2…加熱炉、3…圧力調整器、4…膜、7…金属リング、8…雰囲気ガス、7…加圧ガス、18…圧力容器、21…薄膜材料物性試験片、22…既知の膜、23…不明の膜。

【図2】

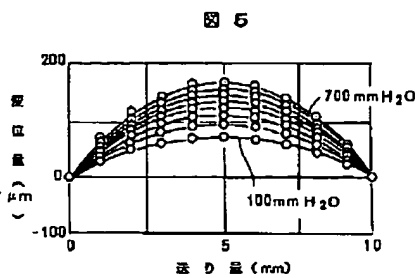
図 2



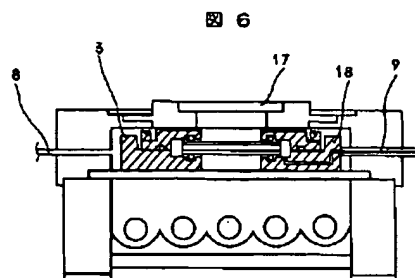
【図4】



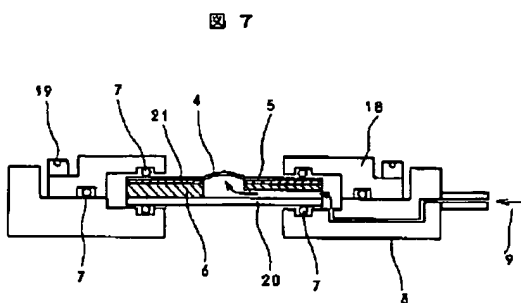
【図5】



【図6】



【図7】



フロントページの続き

(72)発明者 坂田 寛

茨城県土浦市神立町502番地 株式会社日

立製作所機械研究所内